

18

(19) 【発行国】 日本国特許庁 (JP)

(12) 【公報種別】 特許公報 (B2)

(11) 【特許番号】 第 2 9 3 8 7 3 4 号

(24) 【登録日】 平成 1 1 年 (1 9 9 9) 6 月 1 1 日

(45) 【発行日】 平成 1 1 年 (1 9 9 9) 8 月 2 5 日

(54) 【発明の名称】 低分子量ポリメチルシクロポリシロキサン  
の安定化方法

(51) 【国際特許分類第 6 版】

C07F 7/21

【F 1】

C07F 7/21

【請求項の数】 1

【全頁数】 4

(21) 【出願番号】 特願平 5 - 2 9 6 4 5 2

(22) 【出願日】 平成 5 年 (1 9 9 3) 1 1 月 2 6 日

(65) 【公開番号】 特開平 7 - 1 4 5 1 7 9

(43) 【公開日】 平成 7 年 (1 9 9 5) 6 月 6 日

【審査請求日】 平成 9 年 (1 9 9 7) 1 0 月 2 3 日

(73) 【特許権者】

【識別番号】 0 0 0 0 0 2 0 6 0

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【住所又は居所】 東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号

(72) 【発明者】

【氏名】 遠藤 幹夫

【住所又は居所】 新潟県中頸城郡頸城村大字西福島 2 8  
番地の 1 信越化学工業株式会社合成技術研究所内

(19) [Publication Office] Japanese Patent Office (JP)

(12) [Kind of Document] Japanese Patent Publication (B2)

(11) [Patent Number] 2nd 938734 number

(24) [Registration Date] 1999 (1999) June 1 1 day

(45) [Issue Date] 1999 (1999) August 25 day

(54) [Title of Invention] STABILIZATION METHOD OF LOW  
MOLECULAR WEIGHT POLY METHYL CYCLO  
POLYSILOXANE

(51) [International Patent Classification 6th Edition]

C07F 7/21

[F1]

C07F 7/21

[Number of Claims] 1

[Number of Pages in Document] 4

(21) [Application Number] Japan Patent Application Hei 5 - 29  
6452

(22) [Application Date] 1993 (1993) November 26 day

(65) [Publication Number of Unexamined Application (A)] Japa  
n Unexamined Patent Publication Hei 7 - 145179(43) [Publication Date of Unexamined Application] 1995 (199  
5) June 6 day[Date of Request for Examination] 1997 (1997) October 23 da  
ys

(73) [Patent Rights Holder]

[Applicant Code] 000002060

[Name] SHIN-ETSU CHEMICAL CO. LTD. (DB 69-057-0064)

[Address] Tokyo Chiyoda-ku Otemachi 2-6-1

(72) [Inventor]

[Name] Endo Mikio

[Address] Inside of Niigata Prefecture Nakakubiki-gun Kubikin  
ra Oaza Nishifukushima 2 8-1 Shin-Etsu Chemical Co. Ltd.

(72) 【発明者】

【氏名】 山本 昭

【住所又は居所】新潟県中頸城郡頸城村大字西福島 2 8 番地の 1 信越化学工業株式会社合成技術研究所内

(74) 【代理人】

【弁理士】

【氏名又は名称】小宮 良雄

【 査官】 唐木 以知良

(56) 【参考文献】

【文献】特開 昭 51-113887 (JP, A)

【文献】特開 昭 54-90120 (JP, A)

【文献】特開 昭 61-236783 (JP, A)

【文献】特開 平 2-191286 (JP, A)

【文献】特開 平 7-242678 (JP, A)

(58) 【調査した分野】 (Int. Cl. 6, DB名)

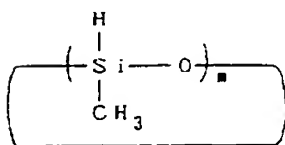
C07F 7/21

CAPLUS (STN)

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 下記式 [I]

【化 1】



[I]

( [I] 式中の m は 4 ~ 8 の整数で 1 種類または複数種類 ) で示される低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンに対して、下記式 [II]

(DB 69-057-0064) Synthetic Technology Research Laboratory

(72) [Inventor]

[Name] Yamamoto Showa

[Address] Inside of Niigata Prefecture Nakakubiki-gun Kubikir  
ra Oaza Nishifukushima 2 8-1 Shin-Etsu Chemical Co. Ltd.  
(DB 69-057-0064) Synthetic Technology Research Laboratory

(74) [Attorney(s) Representing All Applicants]

[Patent Attorney]

[Name] KOMIYA YOSHIO

[Examiner] Karaki from here Kazuyoshi

(56) [Citation(s)]

[Literature] Japan Unexamined Patent Publication Showa 51 - 113887(JP,A)

[Literature] Japan Unexamined Patent Publication Showa 54 - 90120(JP,A)

[Literature] Japan Unexamined Patent Publication Showa 61 - 236783(JP,A)

[Literature] Japan Unexamined Patent Publication Hei 2 - 191286(JP,A)

[Literature] Japan Unexamined Patent Publication Hei 7 - 242678(JP,A)

(58) [Field of Search] ( International Class 6,DB name)

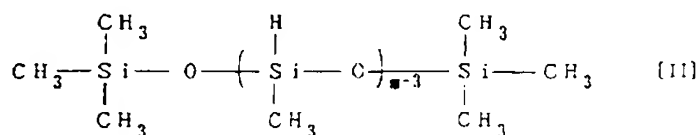
(57) [Claim(s)]

[Claim 1] Below-mentioned Formula [1]

[Chemical Formula 1]

Vis-a-vis low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane which is shown with (As for m in Formula [1] with integer of 4 to 8 one or a plurality of kinds ), below-mentioned Formula [II]

【化2】



〔(11) 式中の $m$ は〔1〕式で採用される $m$ と同一〕  
で示される鎖状ポリメチルポリシロキサンを1~20重量%含有させることを特徴とする低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンの安定化方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、Si-H結合を含有する低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンの安定化方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】Si-H結合を含有する低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンは、シリコン樹脂として利用される硬質ポリシロキサン重合体、シリコンゴムとして利用される室温架橋型ポリシロキサン弾性体の製造時に使用される。硬質ポリシロキサン重合体は、低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンを白金系触媒の存在下でビニル基含有ポリオルガノシロキサンと反応させ、架橋させることによって得られる。室温架橋型ポリシロキサン弾性体は、低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンのSi-H基に種々の官能基を付与して得られる。

【0003】低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンを造るには、メチルジクロロシランを加水分解し縮合する方法と、鎖状ポリメチルポリシロキサンを触媒、例えば硫酸、リン酸、活性白土の存在下または触媒の非存在下で加熱して環化する方法とがある。これらの方法によって製造された低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンは反応性が非常に高い。低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンのSi-H結合は容易に分解し、共存する分子末端のシラノール基と脱水素反応したり、微量の水により加水分解されてシラノール基となる。シラノール基は別のSi-H結合と脱水素反応したり、シラノール基どうして縮合反応したりして、シロキサン結合を形成する。これらの反応により低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンは3次元化し、ゲル化する。これらの反応は、加熱によって加速されるほか、アルカリ性物質、

[Chemical Formula]

Stabilization method of low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane which designates that 1 to 20 weight % it contains the chain poly methyl polysiloxane which is shown with (As for  $m$  in [II] Formula  $m$  which is adopted in Formula [1] same) as feature.

[Description of the Invention]

[0001]

[Field of Industrial Application] This invention is something regarding stabilization method of low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane which contains the Si-H bond.

[0002]

[Prior Art] Low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane which contains Si-H bond is used when producing room temperature crosslinking type polysiloxane elastomer which is utilized as silicone resin as hard polysiloxane polymer and silicone rubber which are utilized. hard polysiloxane polymer is acquired by reacting with vinyl group-containing polyorganosiloxane under existing of the platinum catalyst, crosslinking doing low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane. room temperature crosslinking type polysiloxane elastomer is acquired, granting various functional group to Si-H group of low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane.

[0003] To make low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane, heating method and chain poly methyl polysiloxane which hydrolysis do the methyl dichlorosilane and condense under existing of catalyst, for example sulfuric acid, the phosphoric acid and activated kaolin, or under absence of catalyst there is with a method which cyclization is done. As for low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane which is produced by these method reactivity extremely high. Disassembling Si-H bond of low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane easily, silanol group and dehydrogenation of molecule end which coexists doing, hydrolysis being done by water of trace amount it becomes silanol group. silanol group doing, another Si-H bond and dehydrogenation condensation reaction doing with the silanol group, it forms siloxane bond. To three-dimensional it converts low molecular weight poly

酸性物質の存在下では、ゲル化だけでなくシロキサン結合の切断による開環重合も発生し、低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンは容易に高分子量化していく。

【0004】低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンを工業的に製造する場合、反応中あるいは蒸留中に前記反応が生じ、低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンは高分子量化しやすく、また得られた低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンも保存の際、純度が低下してしまうことをよく経験する。このため製造時および保存時の際、低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンを安定化させる方法が望まれていた。

【0005】

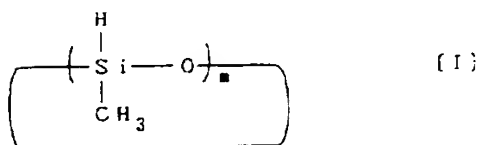
【発明が解決しようとする課題】本発明は前記の課題を解決するためなされたもので、Si-H結合を含有する低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンを製造時に高分子量化することなく、しかも保存時に純度低下することなく安定化させる方法を提供することを目的とする。

【0006】

【課題を解決するための手段】前記の目的を達成するためになされた本発明の低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンの安定化方法は、下記式〔I〕

【0007】

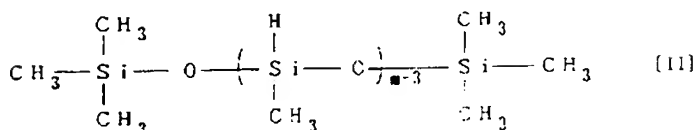
【化3】



【0008】で示される低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンに対して、下記式〔II〕

【0009】

【化4】



methyl cyclo polysiloxane with these reactions, gelation does. These reactions occur, besides it accelerates by heating, underexisting of alkaline substance and acidic substance, ring opening polymerization due to cutting of the siloxane bond not only a gelation, low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane does molecular weight raising easily.

[0004] When low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane is produced in industrially, while reacting or while distilling, the aforementioned reaction occurs, low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane which low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane is easy to do molecular weight raising in addition acquires case of retention, the fact that purity decreases is experienced well. Because of this when producing and case when retaining, method which is stabilized was desired low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane.

[0005]

[Problems to be Solved by the Invention] As for this invention in order to solve aforementioned problem, being something which can be done, it designates that it offers method which is stabilized doing without when retaining low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane which contains Si-H bond when producing without molecular weight raising doing, furthermore the purity decrease as object.

[0006]

[Means to Solve the Problems] As for stabilization method of low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane of this invention which can be done in order to achieve aforementioned object, below-mentioned Formula [1]

[0007]

[Chemical Formula 3]

[0008] So vis-a-vis low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane which is shown, below-mentioned Formula [II]

[0009]

[Chemical Formula 4]

【0010】で示される鎖状ポリメチルポリシロキサンを1～20重量%含有させるものである。〔I〕式中のmは1種類または複数種類の4～8の整数、〔II〕式中のmは〔I〕式中で採用されているmと同一である。

【0011】低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンには、例えば2, 4, 6, 8-テトラメチルシクロテトラシロキサン、2, 4, 6, 8, 10-ペンタメチルシクロペンタシロキサン、2, 4, 6, 8, 10, 12-ヘキサメチルシクロヘキサシロキサンが挙げられる。鎖状ポリメチルポリシロキサンには、1, 1, 1, 3, 5, 5-ヘプタメチルトリシロキサン、1, 1, 1, 3, 5, 7, 7, 7-オクタメチルテトラシロキサン、1, 1, 1, 3, 5, 7, 9, 9, 9-ノナメチルペンタシロキサンが挙げられる。鎖状ポリメチルポリシロキサンは、同じmの値を持つ低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンに対して1～20重量%含有される。含有量が1%以下では低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンを安定化させる効果が低減してしまい、含有量が20%以上では低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンが本来の性質を失う恐れがある。

【0012】上述した低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンの重合度および沸点と、それぞれの低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンに含有させる鎖状ポリメチルポリシロキサンの重合度および沸点とを表1に示した。

【0013】

[0010] So it is something which chain poly methyl polysiloxane which is shown 1 to 20 weight % is contained. As for m in Formula [I] integer of 4 to 8 of one or a plurality of kinds, as for m in [II] Formula it is same as m which is adopted in Formula [I].

[0011] You can list to low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane, for example 2,4,6,8 - tetramethyl cyclotetrasiloxane, 2,4,6,8,10 - pentamethyl cyclopentasiloxane and 2,4,6,8,10,12 - hexamethyl cyclohexasiloxane. You can list to chain poly methyl polysiloxane, 1,1,1,3,5,5,5 - heptamethyl trisiloxane, 1,1,1,3,5,7,7,7 - octamethyltetrasiloxane and 1,1,1,3,5,7,9,9,9 - nonamethyl pentasiloxane. chain poly methyl polysiloxane 1 to 20 weight % is contained vis-a-vis low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane which has the value of same m. content with 1 % or lower effect which is stabilized decreases the low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane, content with 20 % or higher is a possibility low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane losing the original property.

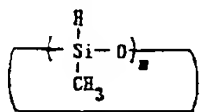
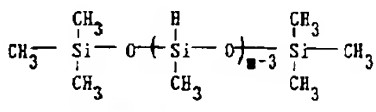
[0012] It showed with degree of polymerization and boiling point of low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane which the description above is done and degree of polymerization and boiling point of chain poly methyl polysiloxane which is contained in respective low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane in Table 1.

[0013]

【表 1】

[Table 1]

表 1

|                                                                                                                   |                                                                                                              |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|  <p>低分子量ポリメチル<br/>シクロポリシロキサン</p> |  <p>鎖状ポリメチル<br/>ポリシロキサン</p> |
| 2,4,6,8-テトラメチル<br>シクロテトラシロキサン<br>$m = 4$<br>沸点 135℃                                                               | 1,1,1,3,5,5,5-ヘプタ<br>メチルトリシロキサン<br>$m - 3 = 1$<br>沸点 142℃                                                    |
| 2,4,6,8,10-ペンタ<br>メチルシクロペンタ<br>シロキサン<br>$m = 5$<br>沸点 169℃                                                        | 1,1,1,3,5,7,7,7-オクタ<br>メチルテトラシロキサン<br>$m - 3 = 2$<br>沸点 177℃                                                 |
| 2,4,6,8,10,12-ヘキサ<br>メチルシクロヘキサ<br>シロキサン<br>$m = 6$<br>沸点 205℃                                                     | 1,1,1,3,5,7,9,9,9-ノナ<br>メチルペンタシロキサン<br>$m - 3 = 3$<br>沸点 216℃                                                |

【0014】表1から分かるように $m$ の値が等しければ、低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンの沸点と鎖状ポリメチルポリシロキサンの沸点とは近似する。近似した沸点を持つ成分を共存させることが、低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンの安定化には好ましい。

【0015】低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンの安定化方法には、低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンと鎖状ポリメチルポリシロキサンとをそれぞれ別に製造し最終的に混合調整する方法、低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンの合成時に鎖状ポリメチルポリシロキサンを同時に合成する方法がある。工業的には鎖状ポリメチルポリシロキサンを同時に合成する方法が好ましい。例えばメチルジクロロシランを加水分解し、縮合する際に所定量のトリメチルクロロシランを添加して製造する方法、鎖状ポリメチルポリシロキサンを触媒の存在下または非存在下で加熱して環化する際に所定量の1,1,1,3,3,3-ヘキサメチルジシロキサンを添加して製造する方法が挙げられる。

【0016】

【作用】Si-H結合を含有する低分子量ポリメチルシ

[0014] As understood from Table 1, if value of  $m$  is equal, the boiling point of low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane and boiling point of chain poly methyl polysiloxane it closely resembles. component which has boiling point which closely resembles, it is desirable in stabilization of low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane to coexist

[0015] Method, of producing respectively separately from low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane and the chain poly methyl polysiloxane in stabilization method of low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane and finally it mixes adjusting. There is a method which synthesizes chain poly methyl polysiloxane simultaneously when synthesizing low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane. method which synthesizes chain poly methyl polysiloxane simultaneously is desirable in the industrially. When hydrolysis it does for example methyl dichlorosilane, condensing adding trimethyl chlorosilane of the predetermined amount, method of producing. Heating chain poly methyl polysiloxane under existing of catalyst, or under absence when the cyclization doing, adding 1,1,1,3,3,3 - hexamethyl disiloxane of predetermined amount, you can list method which it produces.

【0016】

[Work or Operations of the Invention] When chain poly meth

クロポリシロキサン中に鎖状ポリメチルポリシロキサンが一定量含有している場合に、低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンのSi-H結合が分解するとき、鎖状ポリメチルポリシロキサンは封止剤として作用し、Si-H結合の反応を抑制する。Si-H結合の反応が抑制されることにより、低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンの3次元化、ゲル化が防止される。低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンが開環重合をしたときも、鎖状ポリメチルポリシロキサンは同様の作用により、低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンが高分子量化するのを防ぐ。

【0017】

【発明の効果】本発明の低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンの安定化方法によれば、Si-H結合を含有する低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンと鎖状ポリメチルポリシロキサンとを蒸留塔内で共存させた場合、蒸留時のポリメチルシクロポリシロキサンの高分子量化が防止される。そのため低分子量ポリメチルシクロポリシロキサンが工業的に高収率で製造される。

【0018】

【実施例】以下、本発明の実施例を説明する。

【0019】実施例1

直径25mm、高さ500mmのガラス蒸留塔にステンレス製マクマホンパッキンを充填した。2, 4, 6, 8-テトラメチルシクロテトラシロキサン300gと1, 1, 3, 5, 5-ヘプタメチルトリシロキサン15gを蒸留釜に仕込み、常圧下で5時間蒸留を行なった。留出物は回収率が95%であり、仕込み液の組成とほぼ同一の組成であった。蒸留直後の残液は低粘度であり、マクマホンパッキン充填部にも異物の付着は認められなかった。

【0020】比較例1

2, 4, 6, 8-テトラメチルシクロテトラシロキサン300gの蒸留を実施例1と同一の条件で行なった。留出物の回収率は87%であった。蒸留直後の残液は高粘度であり、経時的にゲル化した。マクマホンパッキン充填部には、ゴム状の高粘性物質の付着が認められた。

【0021】実施例2

yl polysiloxane constant amount when it contains, Si-H bond of low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane disassembles in low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane which contains Si-H bond, chain poly methyl polysiloxane operates as sealant, controls reaction of Si-H bond. 3 dimensional conversion and gelation of low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane are prevented due to the fact that reaction of Si-H bond is controlled. When low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane does ring opening polymerization, as for chain poly methyl polysiloxane low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane prevents the fact that molecular weight raising it does with similar action.

[0017]

[Effects of the Invention] According to stabilization method of low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane of this invention, low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane and the chain poly methyl polysiloxane which contain Si-H bond when it coexists inside distillation column, the molecular weight raising of poly methyl cyclo polysiloxane when distilling is prevented. Because of that low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane in industrially is produced with high yield.

[0018]

[Working Example(s)] Below, Working Example of this invention is explained.

[0019] Working Example 1

Stainless steel McMahon packing it was filled in glass distillation column of diameter 25 mm and height 500 mm. You inserted 2,4,6,8 - tetramethyl cyclotetrasiloxane 300g and 1,1,1,3,5,5,5 - hepta methyl tri siloxane 15g in distillation boiler, distilled 5 hours under ambient pressure. distillate recovery ratio was 95 %, was almost same composition as the composition of addition liquid. residual liquid immediately after distilling was low viscosity, deposit of the foreign matter was not recognized to either McMahon packing filled part.

[0020] Comparative Example 1

You distilled 2,4,6,8 - tetramethyl cyclotetrasiloxane 300g with same condition as Working Example 1. recovery ratio of distillate was 87 %. residual liquid immediately after distilling was a high viscosity, gelation it did in time wise. It could recognize deposit of highly viscous substance of rubbery in McMahon packing filled part.

[0021] Working Example 2

2, 4, 6, 8-テトラメチルシクロテトラシロキサン 98重量%、1, 1, 1, 3, 5, 5, 5-ヘプタメチルトリシロキサン 2重量%の組成の仕込み液を調製した。この仕込み液の一部を70°Cで16時間加熱した。加熱処理とは別に、残りの仕込み液を室温下(20~25°C)で25日間保存した。加熱処理した液および室温保存下での液にも純度低下は認められなかった。

#### 【0022】比較例2

2, 4, 6, 8-テトラメチルシクロテトラシロキサンのみを仕込み液とした。この仕込み液の加熱処理および室温保存を、実施例2と同一の条件で行なった。加熱処理した液には5.1%の純度低下、室温保存下での液には1.5%の純度低下が認められた。

#### 【0023】実施例3

m=4の低分子量ポリメチルシクロポリシロキサン55.1重量%と鎖状ポリメチルポリシロキサン3.0重量%、m=5の低分子量ポリメチルシクロポリシロキサン26.6重量%と鎖状ポリメチルポリシロキサン2.4重量%、m=6の低分子量ポリメチルシクロポリシロキサン5.5重量%と鎖状ポリメチルポリシロキサン0.8重量%、m=7の低分子量ポリメチルシクロポリシロキサン1.0重量%と鎖状ポリメチルポリシロキサン0.2重量%、m=8の低分子量ポリメチルシクロポリシロキサン0.2重量%の組成でこれら10種類の成分を混合した仕込み液を300g調製した。各成分のmおよび仕込み液の組成を表2に示す。

#### 【0024】

Addition liquid of composition of 2,4,6,8 - tetramethyl cyclotetrasiloxane 98 wt% and 1,1,1,3,5,5,5 - hepta methyl tri siloxane 2 wt% was manufactured. Portion of this addition liquid 16 hours was heated with 70 °C. Separately from heat treatment, remaining addition liquid 25 day was retained with (20 to 25 °C) under room temperature. purity decrease was not recognized to either liquid under liquid or the room temperature retention which heat treatment are done.

#### [0022] Comparative Example 2

You inserted only 2,4,6,8 - tetramethyl cyclotetrasiloxane and made liquid. heat treatment and room temperature retention of this addition liquid, were done with same condition as Working Example 2. In liquid which heat treatment is done purity decrease of 5.1 %, it could recognize purity decrease of 1.5 % in liquid under room temperature retaining.

#### [0023] Working Example 3

Addition liquid which mixes component of these 10 types with composition of the low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane 0.2 wt% of low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane 1.0 weight % and chain poly methyl polysiloxane 0.2 wt% and m=8 of low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane 5.5 weight % and the chain poly methyl polysiloxane 0.8 weight % and m=7 of low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane 26.6 weight % and chain poly methyl polysiloxane 2.4 wt% and m=6 of the low molecular weight poly methyl cyclo polysiloxane 55.1 wt% and chain poly methyl polysiloxane 3.0 weight % and m=5 of m=4 300g was manufactured. m of each component and composition of addition liquid are shown in the Table 2.

#### [0024]



【表 2】

[Table 2]

表 2

| 仕 込 み 液 組 成                                                                                                                              |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $\left( \begin{array}{c} \text{H} \\   \\ \text{---Si---O---} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array} \right)_m$ <p>低分子量ポリメチル<br/>シクロポリシロキサン</p> | $\text{CH}_3\text{---}\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{Si} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}\text{---O---}\begin{array}{c} \text{H} \\   \\ \text{---Si---O---} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}\text{---}\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{Si} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}\text{---CH}_3$ <p>鎖状ポリメチル<br/>ポリシロキサン</p> |
| $m = 4$<br>55.1 重量%                                                                                                                      | $m - 3 = 1$<br>3.0 重量%                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |
| $m = 5$<br>26.6 重量%                                                                                                                      | $m - 3 = 2$<br>2.4 重量%                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |
| $m = 6$<br>5.5 重量%                                                                                                                       | $m - 3 = 3$<br>0.8 重量%                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |
| $m = 7$<br>1.0 重量%                                                                                                                       | $m - 3 = 4$<br>0.2 重量%                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |
| $m = 8$<br>0.2 重量%                                                                                                                       | $m - 3 = 5$<br>0 重量% (極微量)                                                                                                                                                                                                                                                                                                                |

【0025】表2に示されている組成の仕込み液を、実施例1と同一の蒸留塔で10～70mmHgの圧力下で8時間蒸留した。留出分は回収率が93%であり、仕込み液の組成とほぼ同一の組成であった。

[0025] Addition liquid of composition which is shown in Table 2, with same distillation column as Working Example 1 8-hour was distilled under pressure of the 10 to 70 mmHg. distilled fraction recovery ratio was 93 %, was almost same composition as the composition of addition liquid.

2. 21. 7. 11